

PERPENDICULAR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

Patent number: JP2002092865

Publication date: 2002-03-29

Inventor: YAMANAKA KENJI; HAMAMOTO TERUFUMI; NAKANO JUNTA; MIURA YOSHITSUGU

Applicant: HOYA CORP

Classification:

- International: G11B5/64; G11B5/738; G11B5/851; G11B5/62; G11B5/64; G11B5/84; (IPC1-7): G11B5/738; G11B5/64; G11B5/851

- european:

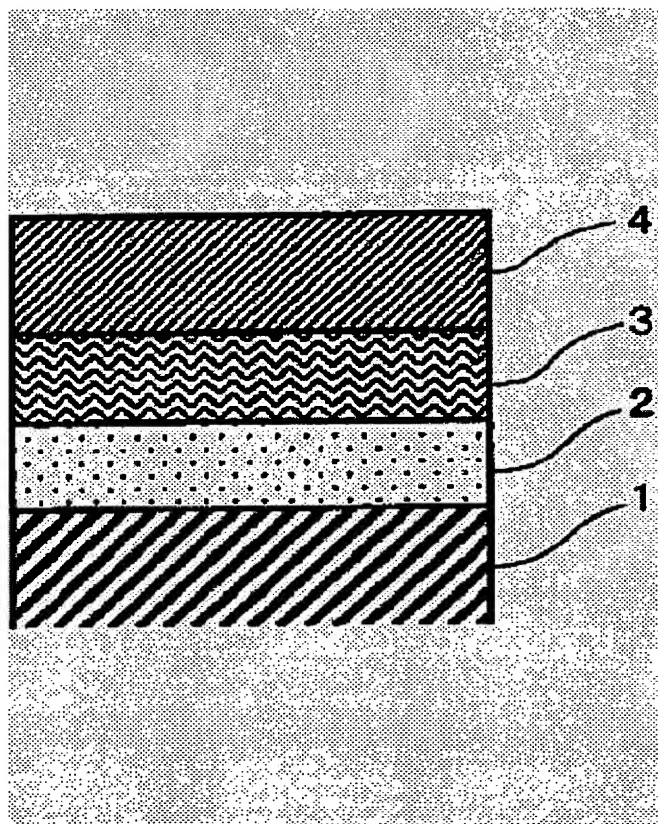
Application number: JP20000274431 20000911

Priority number(s): JP20000274431 20000911

Report a data error here

Abstract of JP2002092865

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a perpendicular magnetic recording medium which simultaneously realizes an Mr/Ms ratio: around 1, the inclination of an MH curve: around $1/4\pi$ and has a high signal-to-noise ratio. **SOLUTION:** The perpendicular magnetic recording medium which has at least plural layers of ground surface layers and a perpendicular magnetic recording layer 4 approximately parallel in the direction of the axis of easy magnetization to the normal direction of the substrate on a substrate 1 is formed by laminating first ground surface layer 2 which consists of Ti or an alloy containing Ti, the second ground surface layer 3 which contains Cr and is formed on the first ground surface layer 2 and the perpendicular magnetic recording layer in this order. The second ground surface layer 3 includes at least one kind of additive elements among Pt, Ta, Nb, and Zr in the Co-base alloy containing Cr.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-92865
(P2002-92865A)

(43) 公開日 平成14年3月29日 (2002.3.29)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	デマート* (参考)
G 1 1 B	5/738	C 1 1 B	5 D 0 0 6
	5/64		5 D 1 1 2
	5/851		

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2000-274431 (P2000-274431)

(22) 出願日 平成12年9月11日 (2000.9.11)

(71) 出願人 000113263

ホーヤ株式会社

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

(72) 発明者 山中 賢治

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(72) 発明者 濱本 輝文

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(74) 代理人 100103676

弁理士 藤村 康夫

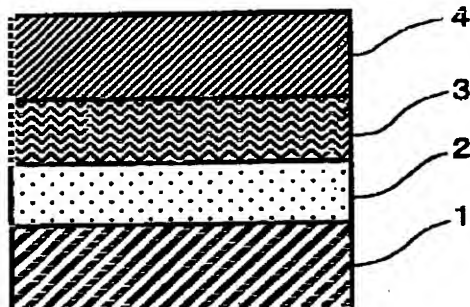
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 垂直磁気記録媒体

(57) 【要約】

【課題】 M_r/M_s 比: 1 近辺、MH 曲線の傾き: $1/4\pi$ 近辺を同時に実現し、高 S/N を有する垂直磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 基板 1 上に、少なくとも複数層の下地層、及び前記下地層上に磁化容易軸方向が基板面法線方向に略平行である垂直磁気記録層 4 を有する垂直磁気記録媒体において、前記垂直磁気記録媒体は、Ti もしくは Ti を含む合金からなる第 1 下地層 2、前記第 1 下地層 2 上に形成された Cr を含む第 2 下地層 3、垂直磁気記録層 4 の順に積層してなり、前記第 2 下地層 3 は、Cr を含む Co 基合金に、Pt、Ta、Nb、及び Zr のうち少なくとも一種の添加元素を含むことを特徴とする。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に、磁気記録層の結晶軸を制御する少なくとも一層の下地層、及び前記下地層上に磁化容易軸方向が基板面法線方向に略平行である垂直磁気記録層を少なくとも有する垂直磁気記録媒体において、前記垂直磁気記録層が、 $M_r/M_s = 0.9 \sim 1$ 、かつ、保持力 H_c におけるMH曲線の傾きがCGS単位系で $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ である特性を有することを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【請求項2】 基板上に、磁気記録層の配向性を制御する少なくとも一層の下地層、及び前記下地層上に磁化容易軸方向が基板面法線方向に略平行である垂直磁気記録層を少なくとも有する垂直磁気記録媒体において、前記下地層は、TiもしくはTiを含む合金からなる第1下地層、前記第1下地層上に形成されたCrを含む第2下地層を含み、前記垂直磁気記録層は、Crが粒界偏析したCo基合金からなり、

前記第2下地層は、Crを含むCo基合金に、Pt、Ta、Nb、及びZrのうち少なくとも一種の添加元素を含むことを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【請求項3】 前記第2下地層が、15at%以上のCrと、総量が15at%以下の前記添加元素を含むCo基合金からなり、この第2下地層の結晶構造が六方最密充填構造であり、かつそのc軸が基板面法線方向と略平行であることを特徴とする請求項2に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項4】 前記垂直磁気記録層が、少なくともCrとPtを含むCo基合金からなることを特徴とする請求項1～3から選ばれる一項に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項5】 前記垂直磁気記録層が、添加元素としてTa、B、Nb、Zrのうち少なくとも一種を含むことを特徴とする請求項4に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項6】 前記第1下地層及び/又は前記第2下地層が、窒素を含むことを特徴とする請求項1～5から選ばれる一項に記載の垂直磁気記録媒体。

【請求項7】 請求項2～6に記載の垂直磁気記録媒体を製造する方法であって、基板上に、第1下地層、第2下地層及び垂直磁気記録層を順次形成する工程を含み、かつ、第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程を含むことを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

【請求項8】 第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程が、垂直磁気記録層を450℃以上600℃以下の温度で熱処理する工程であることを特徴とする請求項7に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は磁気記録媒体、特に垂直磁気記録媒体に関する。より詳細には、媒体ノイズを大幅に低減し、高S/N比が得られる垂直磁気記録媒体の構成、及びその製造方法等に関する。

【0002】

【従来の技術】近年の情報処理の大容量化に伴い、各種の情報記録技術が開発されている。特に、磁気記録技術を用いたハードディスクドライブの面記録密度は、近年、およそ100%/年の割合で増加し続けている。高い面記録密度を達成するためには、当然のこととして、情報信号を記録するための媒体、いわゆる磁気記録媒体と、情報信号を記録再生するための磁気ヘッドの両者の性能向上が必要不可欠である。特に、磁気記録媒体において、その性能向上、すなわち高面記録密度で十分なS/N比を確保するためには、情報信号の記録を担う強磁性層の結晶粒を微細化すると共に、その層厚の低減を図る必要がある。例えば、従来からよく知られている長手記録方式の場合、面記録密度：50Gbit/inch²レベルを達成するためには、平均結晶粒径：6～7nm、層厚：およそ10nm程度にする必要がある。このような状況においては、磁性微粒子に付随する本質的な現象である、いわゆる超常磁性現象により熱的安定性が欠如し、結果として、記録された情報信号が時間の経過と共に消失するという問題が発生する。

【0003】これを打開する方法として、幾つかの方法が提案されているが、その一つに垂直磁気記録方式がある。すなわち、垂直磁気記録方式は、高面記録密度領域において、良好な熱的安定性を維持しつつ、かつ十分なS/N比を達成できる方法として着目されている。従来の垂直磁気記録方式に用いられている記録媒体について、図5及び図6を用いて説明する。図5及び図6は、それぞれ従来の垂直磁気記録媒体の概略断面図であり、図5は、いわゆる単層型垂直記録媒体、図6は、いわゆる2層型垂直記録媒体である。これらの図中、51及び61はガラスあるいはAl合金等からなる基板、52はTiあるいはTi合金膜等からなる結晶軸制御層、53及び64はCoCrPt合金膜等からなる垂直磁気記録層、54及び65はC（カーボン）膜等からなる保護層、62はCoNbZr非晶質合金膜等からなる下地軟磁性層、63は下地軟磁性層62と垂直磁気記録層64との磁気的交換結合を遮断するための中間層である。垂直磁気記録層は、長手記録媒体の場合と同様、微細結晶粒の集合である多結晶体であり、かつ結晶粒の平均的磁化容易軸方向は、基板面法線方向に平行である。情報信号は、垂直磁気記録層の磁化方向の位置変化として記録され、この点でもまた、従来の長手記録方式と同様である。ただし、記録状態における磁化方向に関して以下に記述する差異がある。すなわち、垂直記録媒体の場合、その記録ビット内における平均磁化方向が、基板面に対し上下方向であるのに対し、長手記録媒体場合には、そ

の平均磁化方向が、記録ヘッド（図示せず）の走行方向、もしくはその反対方向となる。この記録状態における磁化方向の差異が、前述した垂直磁気記録方式の特徴、良好な熱的安定性を維持しつつ充分なS/N比を達成できる所以である（参考文献：H.N.Bertram and M.Williams, "SNR and Density Limit Estimations : A Comparison of Longitudinal and Perpendicular Recording", IEEE Trans. Magn., vol.36, pp4-9(2000)）。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の垂直磁気記録媒体においては、その磁気特性上の問題点により、前述した垂直磁気記録方式の有するポテンシャルを十分に引き出すことはできなかった。以下、本発明が解決しようとする問題点、すなわち、従来の垂直記録媒体の有する問題点を図7及び図8を用いて説明する。第7図は、垂直磁気記録層の記録状態における微視的構造を示す概略図である。図7中、71は垂直磁気記録層、72は垂直磁気記録層を形成する結晶粒、73は磁化遷移線、74及び75は各記録ビットにおける平均的磁化方向を表す矢印、76は各記録ビット内において、平均的磁化方向と異なる方向を向く逆磁区である。一般的に、垂直磁気記録媒体におけるノイズ源は、①不規則な磁化遷移線形状と②逆磁区の発生、にあることが知られている。すなわち、高S/N比を有する媒体を開発する際には、直線性の良好な磁化遷移線と逆磁区発生頻度の極小化を図ることが肝要である。特に、磁化遷移線の直線性を確保するためには、結晶粒間に働く磁気的交換相互作用の遮断を図ることが必要不可欠である。以上説明したように、垂直磁気記録方式の優れたポテンシャルを引き出すために必要となる垂直磁気記録層の要点は、逆磁区発生の抑圧と粒間交換相互作用の遮断である。

【0005】ところで、前述した微視的な現象である、逆磁区の発生頻度、及び粒間交換相互作用の大きさは、巨視的な磁気特性であるMH曲線の形状により評価できることは、よく知られている。図8に、上記従来の垂直磁気記録層71、のMH曲線を示す。図8中、Hcは保磁力、Msは飽和磁化、Mrは残留磁化を表す。すなわち、逆磁区発生頻度は、Mr/Ms比（いわゆるMr角型比）、粒間交換相互作用の大きさは、保磁力HcにおけるMH曲線の傾きによって見積もることができる。すなわち、Mr/Msの低下と共に、逆磁区発生頻度は増大し、またMH曲線の傾きの増加と共に、粒間交換相互作用は増大する。逆磁区が発生せず、かつ粒間交換相互作用が完全に遮断された場合、Mr/Ms比は最大値である1、保磁力HcにおけるMH曲線の傾きは、最小値である $1/4\pi$ （CGS単位）となる。すなわち、これらの値を実現することが、垂直記録媒体を開発する際の指針となる。

【0006】しかしながら、従来の垂直記録媒体においては、Mr/Ms比：0.6～0.7、MH曲線の傾

き：約 $1/4\pi$ である媒体か、あるいはMr/Ms比：約1、MH曲線の傾き： $3/4\pi$ 以上である媒体しか得られておらず、同時に、Mr/Ms比：1、MH曲線の傾き： $1/4\pi$ を実現することは出来なかった。

【0007】本発明の目的は、Mr/Ms比：1、MH曲線の傾き： $1/4\pi$ を同時に実現し、高S/Nを有する垂直磁気記録媒体を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、垂直記録媒体の上記現状に鑑みて、媒体構造と巨視的、微視的磁気特性との関係について種々検討した結果、後述する膜構成を有する垂直磁気記録媒体が、Mr/Ms比：1近辺、MH曲線の傾き： $1/4\pi$ 近辺を同時に実現しうることを見出し、更に、後述する方法が、Mr/Ms比：1近辺、MH曲線の傾き： $1/4\pi$ 近辺を同時に実現する手法として好適であることを見出し、本発明を完成した。

【0009】本発明は以下の構成としてある。

【0010】（構成1）基板上に、磁気記録層の結晶軸を制御する少なくとも一層の下地層、及び前記下地層上に磁化容易軸方向が基板面法線方向に略平行である垂直磁気記録層を少なくとも有する垂直磁気記録媒体において、前記垂直磁気記録層が、Mr/Ms=0.9～1、かつ、保持力HcにおけるMH曲線の傾きがCGS単位系で $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ である特性を有することを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【0011】（構成2）基板上に、磁気記録層の配向性を制御する少なくとも一層の下地層、及び前記下地層上に磁化容易軸方向が基板面法線方向に略平行である垂直磁気記録層を少なくとも有する垂直磁気記録媒体において、前記下地層は、TiもしくはTiを含む合金からなる第1下地層、前記第1下地層上に形成されたCrを含む第2下地層を含み、前記垂直磁気記録層は、Crが粒界偏析したCo基合金からなり、前記第2下地層は、Crを含むCo基合金に、Pt、Ta、Nb、及びZrのうち少なくとも一種の添加元素を含むことを特徴とする垂直磁気記録媒体。

【0012】（構成3）前記第2下地層が、15at%以上のCrと、総量が15at%以下の前記添加元素を含むCo基合金からなり、この第2下地層の結晶構造が六方最密充填構造であり、かつそのc軸が基板面法線方向と略平行であることを特徴とする構成2に記載の垂直磁気記録媒体。

【0013】（構成4）前記垂直磁気記録層が、少なくともCrとPtを含むCo基合金からなることを特徴とする構成1～3から選ばれる一に記載の垂直磁気記録媒体。

【0014】（構成5）前記垂直磁気記録層が、添加元素としてTa、B、Nb、Zrのうち少なくとも一種を含むことを特徴とする構成4に記載の垂直磁気記録媒体。

体。

【0015】(構成6) 前記第1下地層及び／又は前記第2下地層が、窒素を含むことを特徴とする構成1～5から選ばれる一に記載の垂直磁気記録媒体。

【0016】(構成7) 構成2～6に記載の垂直磁気記録媒体を製造する方法であって、基板上に、第1下地層、第2下地層及び垂直磁気記録層を順次形成する工程を含み、かつ、第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程を含むことを特徴とする垂直磁気記録媒体の製造方法。

【0017】(構成8) 第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程が、垂直磁気記録層を450℃以上600℃以下の温度で熱処理する工程であることを特徴とする構成7に記載の垂直磁気記録媒体の製造方法。

【0018】

【作用】構成1では、構成1に記載の膜構成を有する垂直磁気記録媒体のうちで、垂直磁気記録層が、 $M_r/M_s = 0.9 \sim 1$ 、かつ、保持力 H_c におけるMH曲線の傾きがCGS単位系で $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ である特性を有する垂直磁気記録媒体について規定している。構成1に記載の膜構成を有するものであって、垂直磁気記録層が、 $M_r/M_s = 0.9 \sim 1$ 、かつ、保持力 H_c におけるMH曲線の傾きがCGS単位系で $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ である特性を有しない垂直磁気記録媒体は、構成1の範囲外である。構成1によれば、従来の垂直磁気記録媒体では実現し得なかった、 M_r/M_s 比: 1近辺、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1/4\pi$ 近辺 (CGS単位系) を同時に実現することができ、したがってノイズを著しく低減させた高S/N比を有する媒体の提供が可能となり、記録密度向上に対する貢献は極めて大きい。 M_r/M_s が0.9未満、又は保持力 H_c におけるMH曲線の傾きが $1.3/4\pi$ (CGS単位系) を超えると、ノイズの低減効果が充分でない。垂直磁気記録層が、 $M_r/M_s = 0.97 \sim 1$ 、かつ、保持力 H_c におけるMH曲線の傾きがCGS単位系で $1/4\pi \sim 1.2/4\pi$ である特性を有する垂直磁気記録媒体がより好ましく、さらに好ましくは $1/4\pi \sim 1.1/4\pi$ である。

【0019】構成2は、構成1に記載の特性を得る具体的手段の一例を示すものである。これを図1を用いて説明する。同図中、1は基板、2はTiもしくはTiを含む合金からなる第1下地層、3は少なくともTa、Nb、Zr、Ptのいずれかを1つを添加元素として含むCoCr非磁性合金からなる第2下地層、4は例えばCoCrPt系強磁性合金からなる垂直磁気記録層である。この構成の多層膜を、例えば成膜後、450～600℃で熱処理を施すこと等により、 M_r/M_s 比: 0.9～1、MH曲線の傾き: $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ を同時に実現することができる。なお、必要な熱処理時間は

熱処理温度に依存し、例えば、温度: 500℃の場合、略20分である。ここで、図8に示したMH曲線の形状より、 M_r/M_s 比: 1近辺、MH曲線の傾き: $1/4\pi$ 近辺を同時に実現するためには、保磁力 H_c を増大せしめる方法が有効であることは、容易に類推することができる。また、一般的に、保磁力を増大せしめるためには、垂直磁気記録層の磁気異方性エネルギーを増大せしめることが必要であり、CoCrPt系合金の異方性エネルギーは、Pt濃度の増加と共に増大することが知られている。更に、Pt濃度の増大と共にCrの粒界偏析が損なわれ、結果として粒間交換相互作用が増大し、 M_r/M_s 比が1に漸近するものの、MH曲線の傾きが $1/4\pi$ に比べて非常に大きくなることもまた周知の事実である。構成2に記載の発明においては、図1に示した第2下地層3より、Crを垂直磁気記録層4の主に結晶粒界に拡散供給せしめることにより、同粒界でのCr濃度を増加せしめCrを粒界偏析させ、粒間交換相互作用の遮断を図るものである。かかる手法に関しては、既に周知の事実であり、何等新規性を持たないものである。構成2に記載の発明の発明たる所以は、第2下地層3としてCoCr合金を用いた場合、同合金にTa、Zr、Nb、及びPtの少なくとも1つを添加することにより、Crの拡散効率が向上し、結果として、 M_r/M_s 比: 0.9～1、MH曲線の傾き: $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ を同時に実現するための有効な手段であることを見出したことにある。なお、本発明における第1下地層は、結晶軸制御機能に加え、上記所定の添加元素を含む第2下地層との相互作用によって第2下地層から記録層へのCrの拡散を促進する機能を有する。

【0020】構成3によれば、第2下地層が、15at%以上のCrと、総量が15at%以下の添加元素 (Ta、Zr、Nb、及びPtの少なくとも1つ) を含有するCo基合金 (Coを主とするCo系合金をいう、以下同様) からなり、この第2下地層の結晶構造が六方最密充填構造であり、かつそのc軸が基板面法線方向と略平行であることによって、構成1に記載の特性を確実に得ることができる。第2下地層は、Crを20at%以上40at%以下含み、かつ添加元素の一つとしてTaを1at%以上5at%以下含むCo基合金からなることがより好ましい。ここで、Taの存在はCrの記録層への拡散を著しく促進する。第2下地層における添加元素としては、Ta、又は、Ta及びPtの双方添加がより好ましい。なお、上記のような第2下地層を得るためには、スパッタ成膜時のターゲット組成として、25at%以上のCrと総量が15at%以下の添加元素を含有するCo基合金ターゲットを用いることが好ましく、さらに好ましくはCrを25at%以上40at%以下含み、かつ添加元素の一つとしてTaを1at%以上5at%以下含むことが好ましい。

【0021】なお、本発明における各構成において、第

1下地層をTi層とする場合にあっては、このTiからなる第1下地層は、その結晶構造が六方最密充填構造であり、かつそのc軸が基板面法線方向と略平行であることが好ましい。また、本発明における各構成において、第1下地層をTiを含む合金層とする場合にあっては、このTiを含む合金からなる第1下地層は、Cr及びCoの少なくとも1つを含み、かつTi濃度が85at%以上のTi基合金であり、かつこの第1下地層の結晶構造が六方最密充填構造であり、かつそのc軸が基板面法線方向と略平行であることが好ましい。

【0022】構成4によれば、垂直磁気記録層が、少なくともCrとPtを含むCo基合金からなることによって、構成1に記載の特性を確実に得ることができるとともに、高い磁気特性を得ることができる。この場合、垂直磁気記録層の磁気異方性エネルギーの観点からは、スパッタ成膜時の合金ターゲット組成でCo含有量とPt含有量の合計が78at%以上であり、かつPt含有量が10at%以上であればより好ましく、Co含有量とPt含有量の合計が82at%以上であり、かつPt含有量が11at%以上であれば更に好ましい。より具体的には合金ターゲット組成で、例えば、Co72at%:Cr15at%:Pt13at%の組成、Co73at%:Cr16at%:Pt11at%の組成、等が好ましい。

【0023】構成5によれば、垂直磁気記録層が、少なくともCrとPtを含むCo基合金からなり、かつ、添加元素としてTa、B、Nb、Zrの少なくとも一種を含むことによって、構成1に記載の特性を確実に得ることができるとともに、垂直磁気記録層における磁性粒子が微細化され、より高いS/N比を得ることができる。この場合、添加元素の含有量の合計が1at%以上6at%以下であればより好ましい。

【0024】構成6によれば、第1下地層及び／又は第2下地層を、窒素を含むAr雰囲気を用いたスパッタリング法で形成する等の方法によって窒素を含ませることによって、垂直磁気記録層における磁性粒子の平均粒子径を小さくすることができ、その結果、高S/N比が得られるので好ましい。この場合、第1下地層及び第2下地層の双方を、窒素を含むAr雰囲気を用いたスパッタリング法で形成することがより好ましい。窒素を含むAr雰囲気としては、総ガス圧中の窒素分圧比が0.05以上0.4以下であればより好ましい。

【0025】構成7によれば、構成2～6に記載の垂直磁気記録媒体を製造する方法において、第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程を含むことによって、Crが粒界偏析した垂直磁気記録層を得ることができる。第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程としては、例えば、垂直磁気記録層を熱処理する方法や、垂直磁気記録層を高温（例えば150～450℃）でスパッタ成膜する方法が挙げら

れる。第2下地層中のCrを垂直磁気記録層中に拡散供給させる工程によって、例えば、熱処理の場合、熱処理前後の垂直磁気記録層中のCr増加率 $\{[(\text{熱処理後のCrの含有率(at\%)}) / (\text{熱処理前のCrの含有率(at\%)})] - 1\} \times 100$ が10%以上、好ましくは30%以上、最も好ましくは50%以上となるように行うことが好ましい。

【0026】構成8によれば、上記構成7において、垂直磁気記録層が、450℃以上600℃以下の温度で熱処理された膜であることによって、構成1に記載の特性を確実に得ることができる。ここで、400℃以下では熱処理効果がなく熱処理しないのと同じであり、600℃超ではCrの偏析がなくなり保磁力Hc等の磁気特性が低下する。400℃から450℃にかけて熱処理効果は急に高まるが、Crの拡散やCrの偏析が不充分である。熱処理の最適温度は膜構成によって異なるため一概には言えないが、450℃～550℃がより好ましく、500℃付近が最も好ましい。構成8においては、第1下地層、第2下地層、垂直磁気記録層等を順次室温成膜した後、上記所定の温度で熱処理することが好ましい。

【0027】

【実施例】以下、添付された図面を用いて、本発明についてより具体的に詳述するが、以下に示すものは本発明の単なる実施例に過ぎず、本発明の技術的範囲を何ら限定するものではない。

（実施例1）本発明の第1実施例について、図2を用いて説明する。図2は、本発明の一実施例に係る磁気記録媒体の概略断面図である。同図中、11は円盤状ガラス基板（ディスク基板）、12はTiからなる第1下地層、13はCoCrTa合金膜からなる第2下地層、14はCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層、15はC（カーボン）からなる保護層である。なお、Tiからなる第1下地層の層厚は25nm、CoCrTa合金膜からなる第2下地層の層厚は20nm、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層の層厚は40nm、Cからなる保護層の層厚は5nmである。以下、上記膜構成を有する磁気記録媒体の製造方法について説明する。まず、基板11に、RFスパッタリング法により純Ar雰囲気中でTiからなる第1下地層12を形成（室温成膜）した。その後、同様にRFスパッタリング法により純Ar雰囲気中でCoCrTa合金ターゲット（Co:65at% Cr:32at% Ta:3at%）をスパッタリングしてCoCrTa合金膜からなる第2下地層を形成し、次いで第2下地層と同様にCoCrPt合金ターゲット（Co:72at% Cr:15at% Pt:13at%）をスパッタリングしてCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層14を順次形成（室温成膜）した。次に到達真空度 1×10^{-5} Torr以下の真空炉内で略20分、500℃の熱処理を施し、Cからなる保護層15を形成した。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の結晶配向特性をX線回折装置によって調

査した。その結果、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)は約3°であった。また、CoCrTa合金膜からなる第2下地層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)も約3°であった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体のCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層の平均粒子径を、透過型電子顕微鏡により調査した。その結果、平均粒子径は約14nmであった。また、垂直磁気記録層の膜組成をESCAで分析した結果、熱処理前の組成がCo:74.5at%、Cr:12.7at%、Pt:11.9at%に対し、熱処理後の組成はCo:69.7at%、Cr:19.4at%、Pt:10.9at%であり、Cr増加率は53%であり、熱処理後にCrが増加していることから、第2下地層のCrが垂直磁気記録層に供給されたことがわかる。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の巨視的な磁気特性(MH曲線)を振動試料磁力計(VSM)により測定した。MH曲線から得られるMr/Ms比は0.98、保持力HcにおけるMH曲線の傾きは、 $1.2/4\pi$ (CGS単位系)であった。上記により得られた本発明の垂直磁気記録媒体の記録再生特性を、巨視的な磁気特性がMr/Ms比:0.6、保持力HcにおけるMH曲線の傾き: $1.1/4\pi$ (CGS単位系)である従来の垂直磁気記録媒体の記録再生特性と比較した。その結果、S/Nが約5dB増加した。また、比較例として、第2下地層のターゲット組成をCo:65at%、Cr:35at%とした以外は実施例1と同様にして製造された垂直磁気記録媒体についてCr増加率を測定したところ、1.6%であった。

【0028】(実施例2)本発明の第2実施例について説明する。なお、第2実施例の基本的な層構成は第1実施例と同じであるので、図2を用いて説明する。図2中、11は円盤状ガラス基板、12はTiCo合金膜からなる第1下地層、13はCoCrTa合金膜からなる第2下地層、14はCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層、15はCからなる保護層である。なお、TiCo合金膜からなる第1下地層の層厚は25nm、CoCrTa合金膜からなる第2下地層の層厚は20nm、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層の層厚は40nm、Cからなる保護層の層厚は5nmである。以下、上記膜構成を有する磁気記録媒体の製造方法について説明する。まず、基板11に、RFスパッタリング法により純Ar雰囲気中でTiCo合金ターゲット(Ti:90at% Co:10at%)をスパッタリングしてTiCo合金膜からなる第1下地層12を形成(室温成膜)した。その後、同様にRFスパッタリング法により純Ar雰囲気中でCoCrTa合金ターゲット(Co:65at% Cr:32at% T

a:3at%)をスパッタリングしてCoCrTa合金膜からなる第2下地層13を形成(室温成膜)し、次いでCoCrPt合金ターゲット(Co:72at% Cr:15at% Pt:13at%)をスパッタリングしてCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層14を形成(室温成膜)した。次に到達真空度 1×10^{-5} Torr以下の真空炉内で略20分、500℃の熱処理を施し、Cからなる保護層15を形成した。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の結晶配向特性をX線回折装置によって調査した。その結果、TiCo合金膜からなる第1下地層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)は約3.5°であった。また、CoCrTa合金膜からなる第2下地層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)も約2.9°であった。また、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)は約2.9°であった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体のCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層の平均粒子径を、透過型電子顕微鏡により調査した。その結果、平均粒子径は約13nmであった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の巨視的な磁気特性(MH曲線)を振動試料磁力計(VSM)により測定した。MH曲線から得られるMr/Ms比は0.99、保持力HcにおけるMH曲線の傾きは、 $1.2/4\pi$ (CGS単位系)であった。上記により得られた本発明の垂直磁気記録媒体の記録再生特性を、巨視的な磁気特性がMr/Ms比:0.6、保持力HcにおけるMH曲線の傾き: $1.1/4\pi$ (CGS単位系)である従来の垂直磁気記録媒体の記録再生特性と比較した。その結果、S/Nが約6dB増加した。

【0029】(実施例3)本発明の第3実施例について説明する。なお、第3実施例の基本的な層構成は第1実施例と同じであるので、図2を用いて説明する。図2中、11は円盤状ガラス基板、12はTiからなる第1下地層、13はCoCrTa合金膜からなる第2下地層、14はCoCrPtB合金膜からなる垂直磁気記録層、15はCからなる保護層である。なお、Tiからなる第1下地層の層厚は25nm、CoCrTa合金膜からなる第2下地層の層厚は20nm、CoCrPtB合金膜からなる垂直磁気記録層の層厚は40nm、Cからなる保護層の層厚は5nmである。以下、上記膜構成を有する磁気記録媒体の製造方法について説明する。まず、基板11に、RFスパッタリング法により純Ar雰囲気中でTiからなる第1下地層12を形成(室温成膜)した。その後、同様にRFスパッタリング法により純Ar雰囲気中でCoCrTa合金ターゲット(Co:65at% Cr:32at% Ta:3at%)をスパッタリングしてCoCr

Ta合金膜からなる第2下地層13を形成(室温成膜)し、次いでCoCrPtB合金ターゲット(Co:71at% Cr:13at% Pt:12at% B:4at%)をスパッタリングしてCoCrPtB合金膜からなる垂直磁気記録層14を形成(室温成膜)した。次に到達真空度 1×10^{-5} Torr以下の真空炉内で略20分、500℃の熱処理を施し、Cからなる保護層15を形成した。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の結晶配向特性をX線回折装置によって調査した。その結果、CoCrPtB合金膜からなる垂直磁気記録層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)は約3°であった。また、CoCrTa合金膜からなる第2下地層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)も約3°であった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の巨視的な磁気特性(MH曲線)を振動試料磁力計(VSM)により測定した。MH曲線から得られる M_r/M_s 比は0.97、保持力 H_c におけるMH曲線の傾きは、 $1.1/4\pi$ (CGS単位系)であった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体のCoCrPtB合金膜からなる垂直磁気記録層の平均粒子径を、透過型電子顕微鏡により調査した。その結果、平均粒子径は約7nmであった。上記により得られた本発明の垂直磁気記録媒体の記録再生特性を、巨視的な磁気特性が M_r/M_s 比:0.6、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1.1/4\pi$ (CGS単位系)である従来の垂直磁気記録媒体の記録再生特性と比較した。その結果、S/Nが約7.5dB増加した。このように、垂直磁気記録層がCrを含む非磁性合金層上に積層されてなり、かつ前記Crを含む非磁性合金層が、Ti、もしくはTiを含む合金層上に積層されてなる磁気記録媒体において、垂直磁気記録層が、少なくともCr及びPtとを含むCo基合金からなる薄膜とし、かつ添加元素として、Ta、B、Nb、Zrの少なくとも1つを含み、かつ前記添加元素の含有率が10at%以下(好ましくは1at%以上6at%以下)とすることにより、垂直磁気記録層の粒子径の微細化がなされ、その結果高いS/Nを得ることができる。

【0030】(実施例4) 本発明の第4実施例について説明する。なお、第4実施例の基本的な層構成は第1実施例と同じであるので、図2を用いて説明する。図2中、11は円盤状ガラス基板、12はTiからなる第1下地層、13はCoCrTa合金膜からなる第2下地層、14はCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層、15はCからなる保護層である。なお、Tiからなる第1下地層の層厚は25nm、CoCrTa合金膜からなる第2下地層の層厚は20nm、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層の層厚は40nm、Cからなる保護層の層厚は5nmである。以下、上記膜構成を有

する磁気記録媒体の製造方法について説明する。まず、基板11に、RFスパッタリング法によりArとN₂の分圧比が10:1の雰囲気中でTiからなる第1下地層12を形成(室温成膜)した。その後、同様にRFスパッタリング法によりArとN₂の分圧比が10:1の雰囲気中でCoCrTa合金ターゲット(Co:65at% Cr:32at% Ta:3at%)をスパッタリングしてCoCrTa合金膜からなる第2下地層13を形成(室温成膜)した。その後、RFスパッタリング法により、純Ar雰囲気中でCoCrPt合金ターゲット(Co:72at% Cr:15at% Pt:13at%)をスパッタリングしてCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層14を形成(室温成膜)した。次に到達真空度 1×10^{-5} Torr以下の真空炉内で略20分、500℃の熱処理を施し、Cからなる保護層15を形成した。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の結晶配向特性をX線回折装置によって調査した。その結果、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)は約3°であった。また、CoCrTa合金膜からなる第2下地層が六方最密充填構造であり、そのc軸が基板面法線方向に概ね配向していることを確認した。その配向度の分散($\Delta\theta_{50}$)も約3°であった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体のCoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層の平均粒子径を、透過型電子顕微鏡により調査した。その結果、平均粒子径は約8nmであった。次に上記により得られた垂直磁気記録媒体の巨視的な磁気特性(MH曲線)を振動試料磁力計(VSM)により測定した。MH曲線から得られる M_r/M_s 比は0.98、保持力 H_c におけるMH曲線の傾きは、 $1.2/4\pi$ (CGS単位系)であった。上記により得られた本発明の垂直磁気記録媒体の記録再生特性を、巨視的な磁気特性が M_r/M_s 比:0.6、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1.1/4\pi$ (CGS単位系)である従来の垂直磁気記録媒体の記録再生特性と比較した。その結果、S/Nが約7.5dB増加した。このように、垂直磁気記録層がCrを含む非磁性合金層上に積層されてなり、かつ前記Crを含む非磁性合金層が、Ti、もしくはTiを含む合金層上に積層されてなる磁気記録媒体において、Crを含む非磁性合金層、及び、Ti、もしくはTiを含む合金層の少なくとも1つを、窒素を含むAr雰囲気中でスパッタリングすることにより、垂直磁気記録層の粒子径の微細化がなされ、その結果高いS/Nを得ることができる。

【0031】(実施例5) 実施例1において、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層を作製するために使用するターゲット組成をCo:72at% Cr:15at% Pt:13at%と実施例1と同じとし、Tiからなる第1下地層の層厚を図3に示すように変化させ、さらに、第2下地層のターゲット組成をCo:65at% Cr:32at% Ta:3at%(実施例1と

同じ)とCo:65at% Cr:35at% (比較と同じ)の2種として、熱処理前後の垂直磁気記録層の磁気特性を調べた。その結果を図3に示す。図3において、(a)では M_r/M_s 比:0.09、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $2.7/4\pi$ (CGS単位系)である。(b)では M_r/M_s 比:0.09、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $2.6/4\pi$ (CGS単位系)である。(c)では M_r/M_s 比:0.37、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $2.8/4\pi$ (CGS単位系)である。

(d)では M_r/M_s 比:0.9、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1.3/4\pi$ (CGS単位系)である。(e)では M_r/M_s 比:0.96、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1.3/4\pi$ (CGS単位系)である。(f)では M_r/M_s 比:0.98、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1.2/4\pi$ (CGS単位系)である。図3(a)~(c)から明らかなように、添加成分を含まないCoCr合金膜(Co:65at% Cr:35at%)からなる第2下地層を用いた場合、磁気特性が悪く従来と変わらないレベルである。これに対し、図3

(d)~(f)から明らかなように、本発明の所定の添加成分を含むCoCr合金膜(Co:65at% Cr:32at% Ta:3at%)からなる第2下地層を用い、Tiからなる第1下地層の層厚を15~25nmとした場合、 M_r/M_s 比:0.9~1、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き: $1/4\pi \sim 1.3/4\pi$ (CGS単位系)を達成でき、磁気特性も良好である。特にTiからなる第1下地層の層厚を15~25nmとした場合、極めて良好な結果が得られる。なお、本実施例の膜構成及び熱処理条件において、Tiからなる第1下地層の層厚を5~30nmの範囲で変化させた結果、15~25nmの範囲が好ましくことがわかった。同様に、本実施例の膜構成及び熱処理条件において、本発明の所定の添加成分を含むCoCr合金膜からなる第2下地層の層厚を5~30nmの範囲で変化させた結果、15~25nmの範囲が好ましく、20nm付近が最も好ましいことがわかった。

【0032】(実施例6) 実施例1において、CoCrPt合金膜からなる垂直磁気記録層を作製するために使用するターゲット組成をCo:72at% Cr:15at% Pt:13at%と実施例1と同じとし、Tiからなる第1下地層の層厚を図4に示すように変化させ、さらに、第2下地層のターゲット組成をCo:60at% Cr:30at% Pt:8at% Ta:2at%として、熱処理前後の垂直磁気記録層の膜構成及び垂直磁気記録層中のCr増加率を調べた。その結果を図4に示す。図4から明らかなように、第1下地層の層厚が厚い程、Cr拡散促進効果が高いことがわかる。

【0033】以上、実施例を説明したが、Co基合金膜からなる垂直磁気記録層の添加元素にNb、Zrを用いた場合、Co基合金膜からなる第2下地層の添加元素にPt、Nb、Zrを用いた場合、第1下地層としてTiCr合金を用いた場合にも同様の結果を得た。また、真

空炉内熱処理行程において熱処理温度450℃、550℃に対し、それぞれ略30分、略15分の処理時間によって同様の結果を得た。

【0034】本発明は上記実施例に限定されない。例えば、第1下地層は、同じ組成、若干異なる組成、あるいは異なる組成の膜を積層した多層膜とすることができる。同様に、第2下地層は、同じ組成、若干異なる組成、あるいは異なる組成の膜を積層した多層膜とすることができる。第2下地層は、垂直磁気記録層中にも設けることができ、例えば、基板側から第1下地層/第2下地層/垂直磁気記録層/第2下地層/垂直磁気記録層の膜構成とすることができる。垂直磁気記録層は、同じ組成、若干異なる組成、あるいは異なる組成の膜を積層した多層膜とすることができる。

【0035】本発明は上述した2層型垂直記録媒体にも適用できる。具体的には、例えば、基板/下地軟磁性層/第1下地層/第2下地層/垂直磁気記録層の構成の2層型垂直記録媒体とすることができる。2層型垂直記録媒体の場合、垂直磁気記録層の層厚を薄くする傾向あり、それに応じて本発明の効果を効果的に発揮できる範囲内で第1下地層及び第2下地層の層厚を薄くすることが好ましい。下地軟磁性層としては、NiFe、CoNbZr非晶質合金膜等が挙げられる。

【0036】本発明の垂直磁気記録媒体においては、潤滑層、その他周知の層を設けることができる。基板材質はガラス(化学強化ガラス、結晶化ガラスを含む)に限定されず周知の基板材料を用いることができる。

【0037】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、 M_r/M_s 比=1近辺、保持力 H_c におけるMH曲線の傾き= $1/4\pi$ 近辺 (CGS単位系)であり、かつ、高いS/Nを有する垂直磁気記録媒体の提供が可能となり、本発明の記録密度向上に対する貢献はきわめて大きい。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の垂直磁気記録媒体を説明するための概略断面図である。

【図2】本発明の一実施例に係る垂直磁気記録媒体を示す概略断面図である。

【図3】実施例5における垂直磁気記録層のMH曲線を示す図である。

【図4】実施例6における垂直磁気記録層の熱処理前後の組成及びCr増加率等を示す図である。

【図5】従来の単層型垂直磁気記録媒体の概略断面図である。

【図6】従来の2層型垂直磁気記録媒体の概略断面図である。

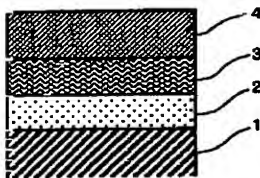
【図7】垂直磁気記録層の記録状態における微視的構造を示す概略図である。

【図8】従来の垂直磁気記録層のMH曲線である。

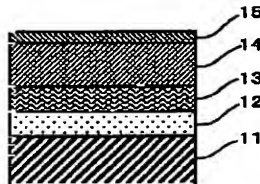
【符号の説明】

- 1…基板
 2…第1下地層
 3…第2下地層
 4…垂直磁気記録層
 11…ガラス基板
 12…第1下地層
 13…第2下地層
 14…垂直磁気記録層
 15…保護層
 51…基板
 52…結晶軸制御層
 53…垂直磁気記録層
 54…保護層
 61…基板
 62…下地軟磁性層
 63…中間層
 64…垂直磁気記録層
 65…保護層
 71…垂直磁気記録層
 72…垂直磁気記録層を形成する結晶粒
 73…磁化遷移線
 74…各記録ビットにおける平均的磁化方向を表す矢印
 75…各記録ビットにおける平均的磁化方向を表す矢印
 76…各記録ビットにおいて、平均的磁化方向と異なる方向を向く逆磁区

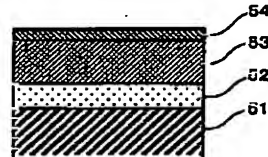
【図1】



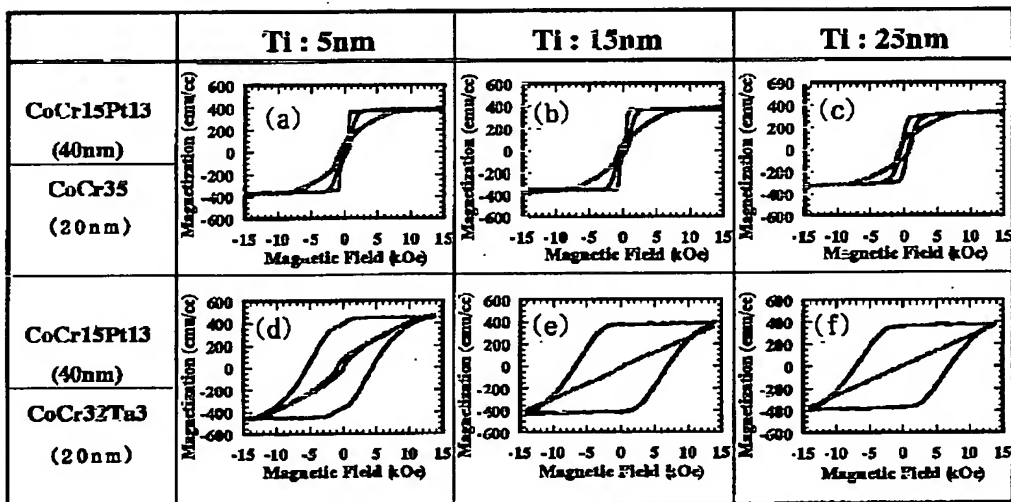
【図2】



【図5】



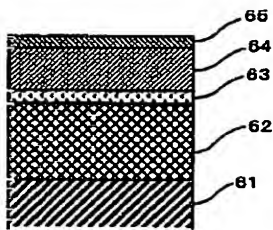
【図3】



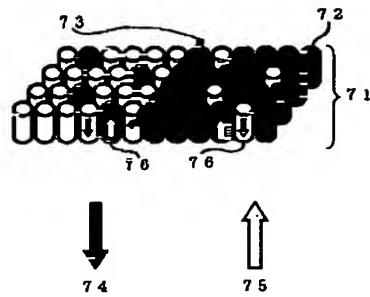
【図4】

No.	記録層組成(ターゲット)			記録層組成(膜面)(熱処理前)			記録層組成(膜面)(熱処理後)			第2下地層組成 (ターゲット)	第1下地層膜厚 (nm)	Cr増加率
	Co	Cr	Pt	Co	Cr	Pt	Co	Cr	Pt			
1	72	15	13	73.4	13.8	12.8	69.3	15.6	11.9	Co60Cr30Pt8Ta2	25	36%
2	72	15	13	73.2	13.7	13.1	69.7	17.4	12.9	Co60Cr30Pt8Ta2	15	27%
3	72	15	13	72.9	13.6	13.3	71.8	16.3	11.9	Co60Cr30Pt8Ta2	5	18%

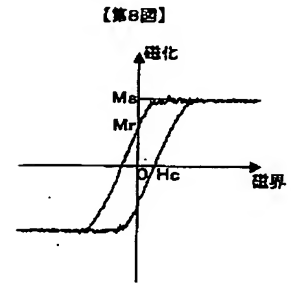
【図6】



【図7】



【図8】



フロントページの続き

(72)発明者 中野 順太
東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホー
ヤ株式会社内
(72)発明者 三浦 義従
東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホー
ヤ株式会社内

Fターム(参考) 5D006 BB02 BB06 BB07 CA01 CA05
CA06 DA03 DA08
5D112 AA03 AA05 AA11 AA24 BB05
BD03 BD04 BD07 BD08 FA04
GB03

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ ~~COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS~~
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ ~~LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT~~
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.